

PARTIAL TRANSLATION OF JP 2002-181706 A

Publication Date: June 26, 2002

Patent Application Number: 2000-384338

Filing Date: December 18, 2000

Inventor: Shigero KIMURA and Masahiro AKIYASU

Applicant: ALOKA CO LTD

[Title of the Invention] APPARATUS FOR ANALYZING DIOXINS

[Claims]

1. An apparatus for analyzing dioxins comprising:
an illuminator comprising a laser light source that emits a laser beam;
a wavelength sweeping means for sweeping an oscillation wavelength of the laser light source;
a sample cell having a detection space that houses a sample to be analyzed;
a light-receiving portion for receiving a laser beam after passing through the detection space; and
a detection means for detecting a spectrum of a laser beam received by the light-receiving portion,
wherein dioxins contained in the sample is identified and quantified based on the spectrum.
2. The apparatus according to claim 1, wherein a semiconductor laser is used as the laser light source.
3. The apparatus according to claim 1 or 2, wherein the spectrum is a light absorption spectrum.
4. The apparatus according to any one of claims 1 to 3, wherein the wavelength sweeping means sweeps the oscillation wavelength by controlling a driving current for the laser light source.
5. The apparatus according to any one of claims 1 to 3, wherein the wavelength sweeping means sweeps the oscillation wavelength by

controlling a temperature of the laser light source.

6. The apparatus according to any one of claims 1 to 5, further comprising a pressure reducing means for maintaining the detection space in a reduced pressure or in a vacuum.

7. The apparatus according to any one of claims 1 to 6, wherein the sample is introduced in the detection space as a molecular jet by using a supersonic molecular jet method.

8. The apparatus according to any one of claims 1 to 7, wherein the laser beam is reflected at least one time in the sample cell.

9. The apparatus according to any one of claims 1 to 8, wherein the sample is a gas.

(Page 2, column 2, lines 10-14)

[0006]

[Problem to be solved by Invention]

It is an object of the present invention to provide an apparatus for analyzing dioxins that can identify and quantify dioxins contained in a sample simply in a short time.

(Page 3, column 3, lines 9-40)

[0018]

Embodiment 1

FIG. 1 is a schematic diagram showing the configuration of an apparatus for analyzing dioxins of Embodiment 1 of the present invention.

[0019]

In FIG. 1, an apparatus 1 for analyzing dioxins includes an illuminator 2, a wavelength sweeping means 3, a sample cell (measuring cell) 4, a pump (pressure reducing means) 5, a light-receiving portion 6, and an analysis control portion 7. The analysis control portion 7 is connected to a computer 8. Each of the components will be described below.

[0020]

The illuminator 2 includes a laser light source 21 that emits a laser beam 100.

[0021]

The laser light source 21 is not particularly limited as long as the wavelength can be varied. Examples of the laser light source include a semiconductor laser, a dye laser, a gas laser, a solid-state laser, and a color center laser. Above all, the semiconductor laser is preferred because it is small and inexpensive, provides high precision, and enables wavelength selection.

[0022]

The semiconductor laser can be made, e.g., of AlGaAs material, InGaAsP material, or Pb-salt material.

[0023]

A current control portion 31 that serves as the wavelength sweeping means 3 is connected electrically to the laser light source 21. The current control portion 31 sweeps the oscillation wavelength by controlling a driving current for the laser light source 21 (referred to as "current control" in the following).

[0024]

In this manner, the wavelength of the laser beam 100 can be varied, e.g., in the range of about 10 nm to 40 μm , preferably in the range of about 100 nm to 3 μm , and more preferably in the range of about 300 to 315 nm.

[0025]

The current control can vary the oscillation wavelength of the laser light source 21 relatively quickly and thus is useful in reducing an analysis time.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-181706
(P2002-181706A)

(43) 公開日 平成14年6月26日 (2002.6.26)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
G 0 1 N 21/39		G 0 1 N 21/39	2 G 0 5 7
21/03		21/03	B 2 G 0 5 9
21/11		21/11	
21/27		21/27	Z
33/00		33/00	D

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2000-384338(P2000-384338)

(22) 出願日 平成12年12月18日(2000.12.18)

(71) 出願人 390029791

アロカ株式会社

東京都三鷹市牟礼6丁目22番1号

(72) 発明者 木村 茂郎

東京都三鷹市牟礼6丁目22番1号 アロカ

株式会社内

(72) 発明者 秋保 昌宏

東京都三鷹市牟礼6丁目22番1号 アロカ

株式会社内

(74) 代理人 100091627

弁理士 朝比 一夫 (外1名)

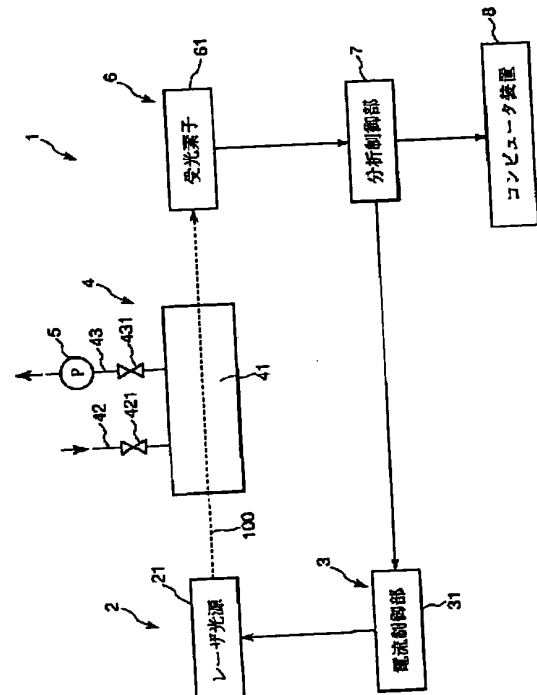
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ダイオキシン類の分析装置

(57) 【要約】

【課題】 短時間かつ簡便に、試料中に含まれるダイオキシン類の同定および定量を行うことができるダイオキシン類の分析装置を提供すること。

【解決手段】 ダイオキシン類の分析装置1は、レーザ光100を発振するレーザ光源21で構成される投光部2と、電流制御部31で構成される波長掃引手段3と、分析に供される試料を収納する検出空間41を有する試料セル4と、この検出空間41を減圧状態または真空状態とするポンプ(減圧手段)5と、受光素子61で構成される受光部6と、電流制御部31および受光素子61に接続された分析制御部7とを備えている。また、この分析制御部7は、コンピュータ装置8に接続されている。ダイオキシン類の分析装置1では、検出空間41を通過した後のレーザ光100のスペクトルを検出し、このスペクトルより試料中に含まれるダイオキシン類の同定および定量を行う。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 レーザ光を発振するレーザ光源を有する投光部と、

前記レーザ光源の発振波長を掃引する波長掃引手段と、分析に供される試料を収納する検出空間を有する試料セルと、

前記検出空間内を通過した後のレーザ光を受光する受光部と、

前記受光部で受光されたレーザ光のスペクトルを検出する検出手段とを有し、

得られた前記スペクトルより、前記試料中に含まれるダイオキシン類の同定および定量を行うことを特徴とするダイオキシン類の分析装置。

【請求項2】 前記レーザ光源として半導体レーザが用いられる請求項1に記載のダイオキシン類の分析装置。

【請求項3】 前記スペクトルは、光吸収スペクトルである請求項1または2に記載のダイオキシン類の分析装置。

【請求項4】 前記波長掃引手段は、前記レーザ光源の駆動電流を制御することにより、発振波長を掃引する請求項1ないし3のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【請求項5】 前記波長掃引手段は、前記レーザ光源の温度を制御することにより、発振波長を掃引する請求項1ないし3のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【請求項6】 前記検出空間を、減圧状態または真空状態とする減圧手段を有する請求項1ないし5のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【請求項7】 前記試料は、該試料を分子ジェットとする超音速分子ジェット法により前記検出空間に導入される請求項1ないし6のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【請求項8】 前記レーザ光は、前記試料セル内で少なくとも1回反射されるよう構成されている請求項1ないし7のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【請求項9】 前記試料は、気体である請求項1ないし8のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ダイオキシン類の分析装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、ダイオキシン類による環境汚染が問題となっている。このダイオキシン類とは、約300種類にもおよぶ化合物の総称であり、これらの毒性は個々の化合物によって大きく異なる。

【0003】したがって、ダイオキシン類の毒性を問題とする場合には、特定の化合物を分離・定量する必要がある。

【0004】しかしながら、ダイオキシン類と称される各化合物は、互いに近似した構造を有しているため、特定の化合物を選択的に分離・定量することが極めて困難である。

【0005】また、従来、ダイオキシン類の定量は、厚生省発行のマニュアルに従って行われている。しかしながら、この方法では、分析結果を得るのに約3週間もの時間を必要とし、特にリアルタイムに分析結果を必要とする場合には対応できないという問題がある。

10 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、短時間かつ簡便に、試料中に含まれるダイオキシン類の同定および定量を行うことができるダイオキシン類の分析装置を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)～(9)の本発明により達成される。

【0008】(1) レーザ光を発振するレーザ光源を有する投光部と、前記レーザ光源の発振波長を掃引する波長掃引手段と、分析に供される試料を収納する検出空間を有する試料セルと、前記検出空間内を通過した後のレーザ光を受光する受光部と、前記受光部で受光されたレーザ光のスペクトルを検出する検出手段とを有し、得られた前記スペクトルより、前記試料中に含まれるダイオキシン類の同定および定量を行うことを特徴とするダイオキシン類の分析装置。

【0009】(2) 前記レーザ光源として半導体レーザが用いられる上記(1)に記載のダイオキシン類の分析装置。

30 【0010】(3) 前記スペクトルは、光吸収スペクトルである上記(1)または(2)に記載のダイオキシン類の分析装置。

【0011】(4) 前記波長掃引手段は、前記レーザ光源の駆動電流を制御することにより、発振波長を掃引する上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【0012】(5) 前記波長掃引手段は、前記レーザ光源の温度を制御することにより、発振波長を掃引する上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

40 【0013】(6) 前記検出空間を、減圧状態または真空状態とする減圧手段を有する上記(1)ないし(5)のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【0014】(7) 前記試料は、該試料を分子ジェットとする超音速分子ジェット法により前記検出空間に導入される上記(1)ないし(6)のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【0015】(8) 前記レーザ光は、前記試料セル内で少なくとも1回反射されるよう構成されている上記

50 (1)ないし(7)のいずれかに記載のダイオキシン類

の分析装置。

【0016】(9) 前記試料は、気体である上記(1)ないし(8)のいずれかに記載のダイオキシン類の分析装置。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、本発明のダイオキシン類の分析装置を添付図面に示す好適実施形態に基づいて詳細に説明する。

【0018】<第1実施形態>図1は、本発明のダイオキシン類の分析装置の第1実施形態の構成を示す概略図である。

【0019】図1に示すダイオキシン類の分析装置1は、投光部2と、波長掃引手段3と、試料セル(測定セル)4と、ポンプ(減圧手段)5と、受光部6と、分析制御部7とを備えている。また、分析制御部7は、コンピュータ装置8に接続されている。以下、各構成要素について説明する。

【0020】投光部2は、レーザ光源21で構成され、このレーザ光源21は、レーザ光100を発振する。

【0021】レーザ光源21としては、波長可変可能なものであれば、特に限定されず、例えば、半導体レーザ、色素レーザ、ガスレーザ、固体レーザ、色中心レーザ等を用いることができるが、高精度で波長選択が可能であることや、小型かつ安価に入手可能であることから、好ましくは半導体レーザが用いられる。

【0022】この半導体レーザは、例えば、AlGaAs系材料、InGaAsP系材料、Pb塩系材料等で構成することができる。

【0023】このようなレーザ光源21には、波長掃引手段3として電流制御部31が電気的に接続されている。この電流制御部31は、レーザ光源21の駆動電流を制御(以下、単に「電流制御」という。)することにより、その発振波長を掃引するように構成されている。

【0024】これにより、レーザ光100の波長を、例えば、好ましくは10nm~40μm程度、より好ましくは100nm~3μm程度、さらに好ましくは300~315nm程度の範囲で変化させる。

【0025】電流制御によれば、レーザ光源21の発振波長を、比較的速やかに変化させることができるので、分析時間の短縮に有利である。

【0026】このように、波長掃引されたレーザ光100は、図示しないコリメータレンズにより平行光束とされ、試料セル4に導入される。

【0027】この試料セル4は、その内部に試料を収納する検出空間41が形成され、その壁部には、レーザ光100が透過可能な材料で構成された一対の窓(図示せず)が対向配置されている。

【0028】したがって、本実施形態では、レーザ光100は、試料セル4の内部(検出空間41)を横切るように(図1中左から右へ)通過する。

【0029】この検出空間41には、ガス状(気体)の試料が導入される。したがって、分析に供される試料としては、気体、固体、液体のいかなる形態(状態)のものであってもよいが、最初から気体であるのが好ましい。

【0030】仮に、固体または液体の試料を分析しようとした場合、検出空間41への導入に先立って、試料を気化させる前処理工程が必要となるが、これに対して、最初から気体の試料を用いる場合には、このような前処理工程を省略することができるので、分析時間の短縮や分析コストの低減にとって有利である。

【0031】また、試料セル4には、このような試料を検出空間41に導入するための導入ライン(導入手段)42と、試料を検出空間41から排出するための排気ライン(排気手段)43とが設けられている。

【0032】導入ライン42の途中には、開閉弁421が設けられ、その端部は試料の供給源(図示せず)に接続されている。

【0033】一方、排気ライン43の途中には、開閉弁431が設けられ、その端部はポンプ(減圧手段)5に接続されている。

【0034】ポンプ5は、検出空間41から試料を排出するだけでなく、検出空間41(試料セル4内)を減圧状態または真空状態とするために用いられる。

【0035】すなわち、試料の検出空間41への導入に際して、検出空間41は、減圧状態または真空状態に保持されているのが好ましく、真空状態(例えば、 $10^{-8} \sim 10^{-6}$ Torr程度)に保持されているのがより好ましい。前記状態の検出空間41に試料を導入することにより、後述するスペクトルにおいて、より鋭いピークを検出することができる。すなわち、スペクトル分解能をより向上させることができる。

【0036】このようなスペクトル分解能を向上させる観点からは、試料を検出空間41に超音速分子ジェット法により導入するのが好ましい。この超音速分子ジェット法とは、例えば導入ライン42の試料セル4側の端部に分子ジェットを生成するためのパルスバルブのようなバルブを設けて、このバルブから試料を真空状態に保持されている検出空間41に分子ジェットとして噴出する方法である。

【0037】また、この場合、試料中には、例えばヘリウムやアルゴン等の希ガスを混合するにしてもよい。これにより、スペクトル分解能をさらに向上させることができる。

【0038】試料セル4を介して、投光部2の反対側には、受光部6が設けられている。受光部6は、受光素子(フォトダイオード)61で構成されている。

【0039】この受光素子61は、前記検出空間41を通過した後のレーザ光100を受光して、光電変換する。これにより、受光素子61は、受光光量に応じた信

号を出力する。

【0040】受光素子61および前記電流制御部31は、それぞれ、分析制御部7と電氣的に接続されている。

【0041】この分析制御部7は、電流制御部31を介してレーザ光源21を制御して、レーザ光源21の発振波長を掃引する。

【0042】また、この分析制御部7は、受光素子61からの信号に基づいてスペクトルを検出する検出手段としても機能する。

【0043】このスペクトルとしては、特に限定されないが、例えば、光吸収スペクトル、光透過スペクトル、発光（蛍光、りん光等）スペクトル、拡散反射スペクトル、散乱スペクトル等が挙げられるが、この中でも、光吸収スペクトルであるのが好ましい。ダイオキシンの光吸収スペクトル測定（検出）は、容易である。しかも、光吸収スペクトルの変化は、一般に鋭敏に検出することができる。さらには、光吸収スペクトルを検出してダイオキシン類の分析（同定および定量）を行うようにすると、分析装置の構成をより簡単なものとすることができ、小型化に寄与する。

【0044】このようなスペクトルのデータは、分析制御部7と電氣的に接続されたコンピュータ装置8に送信される。このコンピュータ装置8では、スペクトルのデータが集計され、また、必要に応じてデータの処理が行われる。

【0045】このようにして得られたスペクトルを解析することによりダイオキシン類の分析を行う。

【0046】例えば、光吸収スペクトルを測定（検出）する場合には、吸収されたレーザ光100の波長から試料に含まれるダイオキシン類の同定を行い、レーザ光100の吸収量からダイオキシン類の定量を行う。

【0047】より具体的には、例えば、次のようにして、試料中に含まれるダイオキシン類の同定および定量が行なわれる。

【0048】ここでは、ダイオキシン類と称される（に分類される）化合物のうち、2種の化合物（2,3-dichlorodibenzodioxin、2,8-dichlorodibenzodioxin）の光吸収スペクトルの一例を挙げる。

【0049】図2および図3は、それぞれ、2,3-dichlorodibenzodioxin（2,3-DCDD）および2,8-dichlorodibenzodioxin（2,8-DCDD）について、レーザ光100を304.8～305.2nmの範囲で波長掃引して得られた光吸収スペクトルを示す図であり、このうち、図2は、2,3-DCDDの光吸収スペクトルを示し、図3は、2,8-DCDDの光吸収スペクトルを示す。

【0050】これらの図に示すように、2,3-DCDDは、304.9nmおよび305.1nm付近の波長のレーザ光100を選択的に吸収している。一方、2,

8-DCDDは、305.0nm付近の波長のレーザ光100を選択的に吸収している。

【0051】換言すれば、2,3-DCDDの光吸収スペクトルでは、304.9nmおよび305.1nm付近に特徴的なピークを有している。一方、2,8-DCDDの光吸収スペクトルでは、305.0nm付近に特徴的なピークを有している。

【0052】このようなピークの特徴は、ダイオキシン類に分類される各化合物で異なっている。すなわち、約300種にもおよぶダイオキシン類は、全ての化合物がそれぞれ特徴的なピークを有している。

【0053】したがって、試料の光吸収スペクトルを解析して、前述したような化合物に特徴的なピークを検出することにより、試料中に含まれるダイオキシン類を同定することが可能である。

【0054】また、このような特徴的なピークの面積、すなわち、レーザ光100の吸収量を各化合物の量に変換することにより定量することができる。この変換は、予め、既知量のダイオキシン類の各化合物において、それぞれ、得られる特徴的なピークの面積を測定して、これらの量とピークの面積との相関関係を示す検量線を作成しておき、試料の光吸収スペクトルから検出される特徴的なピークの面積の実測値を検量線に照合する（当てはめる）ことにより行うことができる。

【0055】＜第2実施形態＞図4は、本発明のダイオキシン類の分析装置の第2実施形態の構成を示す概略図である。以下、図4に示すダイオキシン類の分析装置について、前記第1実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項については、その説明を省略する。

【0056】第2実施形態のダイオキシン類の分析装置では、波長掃引手段3の構成が異なること以外は、前記第1実施形態と同様である。

【0057】すなわち、波長掃引手段3として、温度制御部32が設けられている。この温度制御部32は、レーザ光源21に設けられたペルチェ素子（図示せず）によって、例えば210～370K程度の範囲で、レーザ光源21の温度を制御（以下、単に「温度制御」という。）することにより、その発振波長を掃引するように構成されている。

【0058】これにより、レーザ光100の波長を、前記第1実施形態と同様の範囲で変化させる。

【0059】温度制御によれば、レーザ光源21の発振波長を、微妙に変化させること、すなわち、レーザ光100の波長を微調整することができるので、分析精度をより向上させることができる。

【0060】このような構成とすることによっても、前記第1実施形態と同様の作用・効果を生じる。

【0061】＜第3実施形態＞図5は、本発明のダイオキシン類の分析装置の第3実施形態の構成を示す概略図である。以下、図5に示すダイオキシン類の分析装置に

ついて、前記第1および第2実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項については、その説明を省略する。なお、図5では、投光部2、試料セル4および受光部6のみ示し、その他の構成要素は省略した。

【0062】第3実施形態のダイオキシン類の分析装置では、試料セル4の構成および受光部5の設置位置が異なる以外は、前記第1および第2実施形態と同様である。

【0063】すなわち、試料セル4（検出空間41）内には、反射板（反射手段）44が設置されており、レーザー光100は、試料セル4内で1回反射させるように構成されている。

【0064】これにより、レーザー光100の光路長を増大させ、試料との接触時間（距離）を長くすることができるので、分析精度をより向上することができる。

【0065】なお、試料セル4内には、さらに複数の反射板を設置して、レーザー光100を複数回反射させるような構成とすることもできる。

【0066】また、このようにレーザー光100を試料セル4内で1回反射させるような構成としたことにより、本実施形態では、受光部6を構成する受光素子61は、試料セル4に対してレーザー光源21と同じ側に設置されている。

【0067】このような構成とすることによっても、前記第1および第2実施形態と同様の作用・効果を生じる。

【0068】なお、このような構成は、前記第1および第2実施形態のダイオキシン類の分析装置に適用することができる。

【0069】以上、本発明のダイオキシン類の分析装置を図示の各実施形態について説明したが、本発明はこれらに限定されるものではなく、ダイオキシン類の分析装置を構成する各部は、同様の機能を発揮する任意の構成のものとの置換することができる。

【0070】また、本発明のダイオキシン類の分析装置は、前記第1～第3実施形態のうちの、任意の2以上の構成を組み合わせたものであってもよい。

【0071】例えば、波長掃引手段は、電流制御部および温度制御部の双方で構成することもできる。

【0072】なお、レーザー光の光路の途中には、例えば、レンズ、光学フィルター、偏光板、移相差板、プリズム等の各種光学素子が設置されていてもよい。

【0073】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、簡単な構成で、短時間かつ簡便に、ダイオキシン類の同定および定量を行うことができる。

【0074】また、波長掃引手段を適宜選択することにより、分析時間を短縮したり、分析精度をより向上させたりすることができる。

【0075】このようなことから、本発明のダイオキシン類の分析装置は、特にリアルタイムに分析結果を必要とする場合等に用いるのに有利である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のダイオキシン類の分析装置の第1実施形態の構成を示す概略図である。

【図2】2,3-dichlorodibenzodioxin（2, 3-DCDD）の光吸収スペクトルを示す図である。

【図3】2,8-dichlorodibenzodioxin（2, 8-DCDD）の光吸収スペクトルを示す図である。

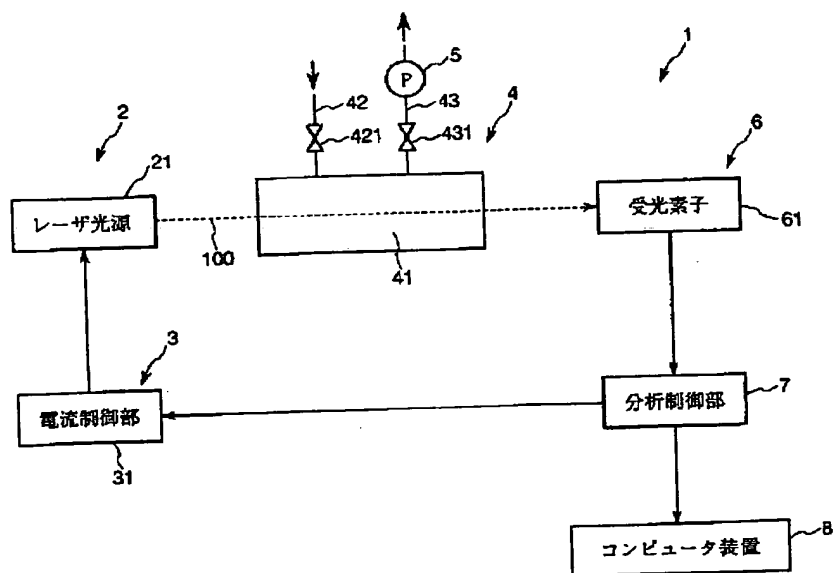
【図4】本発明のダイオキシン類の分析装置の第2実施形態の構成を示す概略図である。

【図5】本発明のダイオキシン類の分析装置の第3実施形態の構成を示す概略図である。

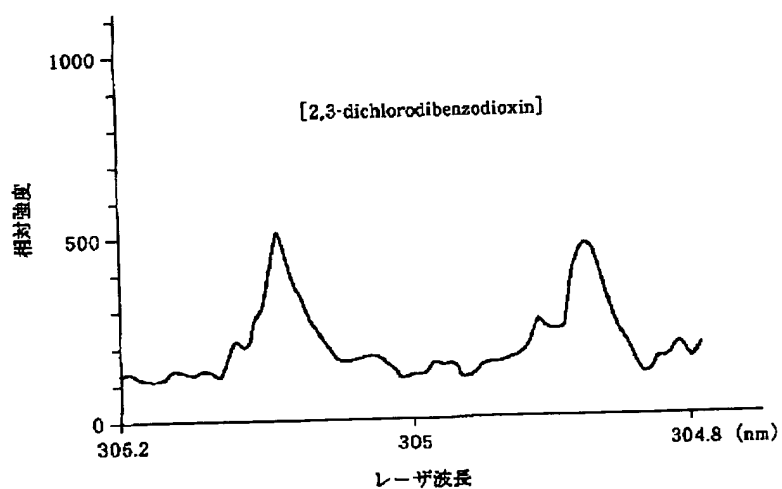
【符号の説明】

1	ダイオキシン類の分析装置
2	投光部
21	レーザー光源
3	波長掃引手段
31	電流制御部
32	温度制御部
4	試料セル
41	検出空間
42	導入ライン
421	開閉弁
43	排出ライン
431	開閉弁
44	反射板
5	ポンプ
6	受光部
61	受光素子
7	分析制御部
8	コンピュータ装置
100	レーザー光

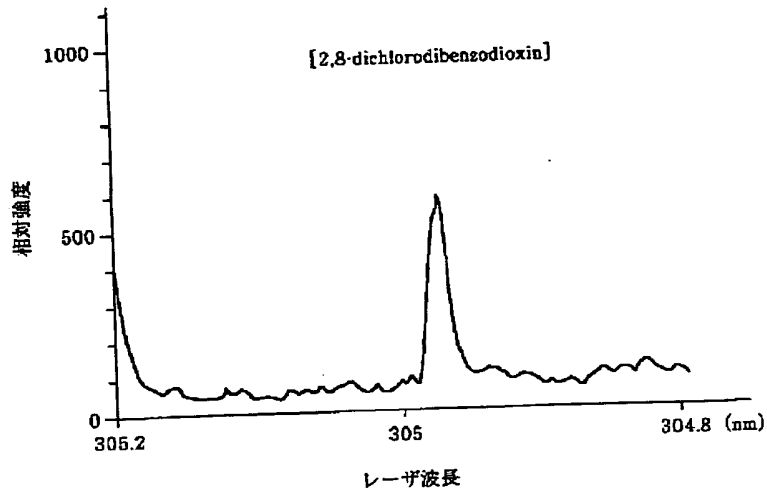
【図1】



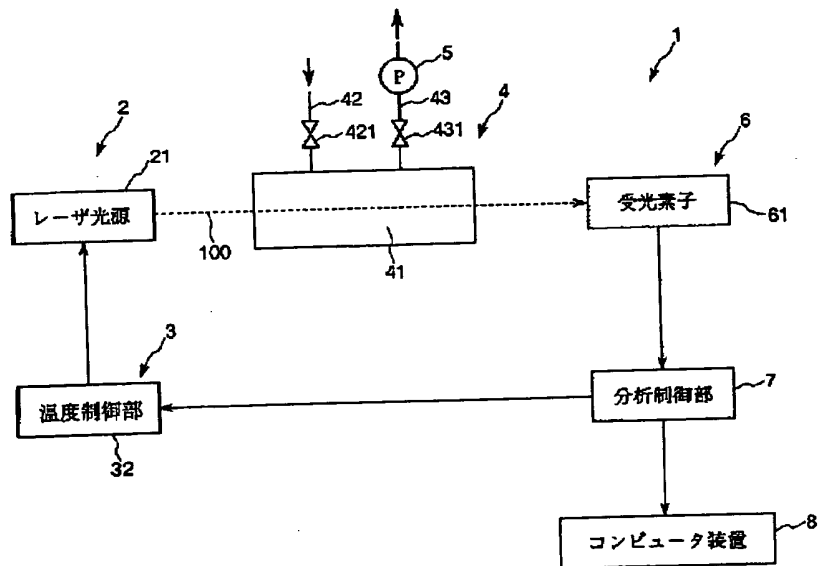
【図2】



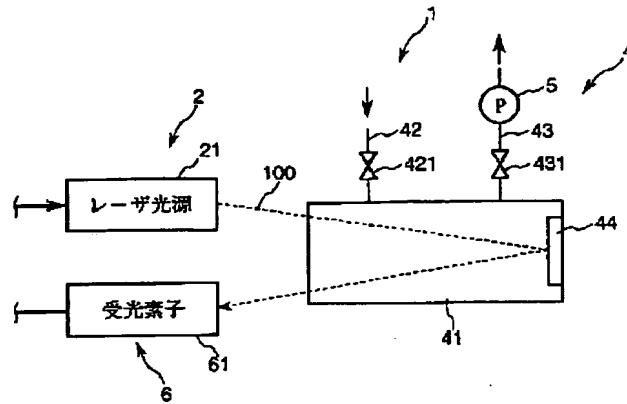
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2G057 AA01 AB04 AB06 AC03 BA01
GA01
2G059 AA01 BB01 CC12 DD16 EE01
EE12 GG01 GG09 HH01 HH02
HH03 HH06 JJ11 KK01